



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-130796

(43)Date of publication of application : 19.05.1998

(51)Int.Cl.

C22C 38/00  
H01F 1/053  
H01F 1/06

(21)Application number : 08-355015

(71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS CO  
LTD

(22)Date of filing : 20.12.1996

(72)Inventor : KANEKIYO HIROKAZU  
HIROZAWA SATORU

(30)Priority

Priority number : 08257700 Priority date : 06.09.1996 Priority country : JP

**(54) PRODUCTION OF FINE CRYSTAL PERMANENT MAGNET ALLOY AND ISOTROPIC PERMANENT MAGNET POWDER**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To stably obtain a fine crystal permanent magnet alloy excellent in residual magnetic flux density by rapidly cooling an Nd-Fe-B series alloy molten metal with low rare earth concn. having a specified compsn. at a specified roll circumferential speed in an evacuated inert gas atmosphere.

SOLUTION: The composition al formula of an alloy is composed of  $\text{Fe}_{100-x-y} \text{B}_x \text{R}_y$ , where R denotes one or two kinds among Pr, Nd and Dy, and (x) and (y) satisfy  $15 \leq x \leq 30 \text{at.}\%$  and  $1 \leq y \leq 5 \text{at.}\%$ . The molten metal of this alloy is rapidly cooled by a melt quenching method using rapid cooling rolls. At this time, the roll circumferential speed is limited to 2 to 10m/sec. In this way, a fine crystal alloy in which the crystal structure in which  $\text{Fe}_3\text{B}$  type compounds and compound phases having an  $\alpha\text{Fe}$  and  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  type crystal structures are coexistent occupies by  $\geq 90\%$  and the average grain size is regulated to 10 to 50nm can directly be obtd. from the alloy molten metal. This alloy has the magnetic properties of  $\text{iHc} \geq 2 \text{KOe}$  and  $\text{Br} \geq 10 \text{KG}$ .

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 28.06.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3488354

[Date of registration] 31.10.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

BEST AVAILABLE COPY

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-130796

(43) 公開日 平成10年(1998) 5月19日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 2 2 C 38/00

H 0 1 F 1/053

1/06

識別記号

3 0 3

F I

C 2 2 C 38/00

H 0 1 F 1/04

1/06

3 0 3 D

H

A

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平8-355015

(22) 出願日 平成 8 年(1996) 12月20日

(31) 優先権主張番号 特願平8-257700

(32) 優先日 平 8 (1996) 9 月 6 日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000183417

住友特殊金属株式会社

大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 7 番19号

(72) 発明者 金清 裕和

大阪府三島郡島本町江川 2 丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72) 発明者 広沢 哲

大阪府三島郡島本町江川 2 丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(74) 代理人 弁理士 押田 良久

(54) 【発明の名称】 微細結晶永久磁石合金及び等方性永久磁石粉末の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 10 k G以上の残留磁束密度 B<sub>r</sub> を有してハードフェライト磁石に匹敵する性能対価格比を有する微細結晶永久磁石合金を安定的に量産可能にする微細結晶永久磁石合金の製造方法。

【解決手段】 希土類元素が 5 a t %以下、B<sub>r</sub> が 15 ~ 30 a t %の特定組成合金溶湯を、30 k P a以下の減圧不活性ガス雰囲気中、ロール周速度を 2 ~ 10 m / s にして急冷することにより、実質 90 %以上を F e<sub>3</sub> B 型化合物並びに α - F e と N d<sub>2</sub> F e<sub>14</sub> B 型結晶構造を有する化合物相が共存する結晶組織となり、永久磁石として実用に耐える i H<sub>c</sub> ≥ 2 k O e、B<sub>r</sub> ≥ 10 k G の磁気特性を有する平均結晶粒径が 10 n m ~ 50 n m の粉末状あるいは薄板状永久磁石合金を合金溶湯から直接得ることができ、従来のアモルファス合金を熱処理により結晶化する工程がなく、製造方法が簡単で大量生産に適している。

(2)

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 組成式を  $\text{Fe}_{100-x-y}\text{B}_x\text{R}_y$  (但し R は Pr、Nd または Dy の 1 種または 2 種) と表し、組成範囲を限定する記号 x、y が下記値を満足する合金溶湯を、急冷ロールを用いた液体急冷法により急冷するに際し、30 kPa 以下の減圧不活性ガス雰囲気中にて、ロール周速度を  $2\text{m/s} \sim 10\text{m/s}$  にして、 $\text{Fe}_3\text{B}$  型化合物並びに  $\alpha\text{-Fe}$  と  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  型結晶構造を有する化合物相が共存する結晶組織が 90% 以上を占め、平均結晶粒径が 50 nm 以下である微細結晶合金を得る微細結晶永久磁石合金の製造方法。

$15 \leq x \leq 30 \text{ at } \%$

$1 \leq y \leq 5 \text{ at } \%$

【請求項 2】 請求項 1 において、液体急冷法により合金溶湯から直接、平均結晶粒径が 10 nm  $\sim$  50 nm の微細結晶合金となし、 $i\text{Hc} \geq 2 \text{ kOe}$ 、 $\text{Br} \geq 10 \text{ kG}$  の磁気特性を有する磁石合金を得る微細結晶永久磁石合金の製造方法。

【請求項 3】 請求項 1 において、液体急冷法により合金溶湯から直接、平均結晶粒径が 10 nm 以下の微細結晶合金となし、その後、500℃ $\sim$ 700℃の温度域にて粒成長を目的とする熱処理を施し、平均結晶粒径が 10 nm  $\sim$  50 nm の微細結晶合金となし、 $i\text{Hc} \geq 2 \text{ kOe}$ 、 $\text{Br} \geq 10 \text{ kG}$  の磁気特性を有する磁石合金を得る微細結晶永久磁石合金の製造方法。

【請求項 4】 請求項 1 において、得られる微細結晶永久磁石合金は厚み 70  $\mu\text{m} \sim$  300  $\mu\text{m}$  の薄板磁石である微細結晶永久磁石合金の製造方法。

【請求項 5】 請求項 1 において、得られる微細結晶永久磁石合金を平均粉末粒径 3  $\mu\text{m} \sim$  500  $\mu\text{m}$  に粉碎して、 $i\text{Hc} \geq 2 \text{ kOe}$ 、 $\text{Br} \geq 7 \text{ kG}$  の磁気特性を有する等方性永久磁石合金粉末を得る等方性永久磁石粉末の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、各種モーター、アクチュエーター、磁気センサー用磁気回路並びにマグネットロールやスピーカー用などに最適な微細結晶永久磁石合金の製造方法に係り、希土類元素含有量が 5 at % 以下の特定組成の R-Fe-B 系合金溶湯を、特定の減圧不活性ガス雰囲気中、ロール周速度の液体急冷法により急冷して、実質的に 90% 以上が  $\text{Fe}_3\text{B}$  型化合物並びに  $\alpha\text{-Fe}$  と  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  型結晶構造を有する化合物相が共存する結晶組織で、かつ各構成相の平均結晶粒径が 10 nm  $\sim$  50 nm を有する微細結晶となすことにより、合金溶湯から直接、厚み 70  $\mu\text{m} \sim$  300  $\mu\text{m}$  の薄板磁石あるいはボンド磁石用合金粉末として実用に耐える  $i\text{Hc} \geq 2 \text{ kOe}$ 、 $\text{Br} \geq 10 \text{ kG}$  の磁気特性を有する永久磁石合金を得ることが可能な微細結晶永久磁石合金の製造方法に関する。

2

## 【0002】

【従来の技術】 家電用機器、ならびに OA 機器や電装品に用いられるステッピングモーター、パワーモーター並びにアクチュエーターなどに使用される永久磁石は、従来、性能対価格比に優れたハードフェライト磁石に限定されていたが、低温での  $i\text{Hc}$  低下に伴う低温減磁特性があること、セラミックス材質のために機械的強度が低く、割れ、欠けが発生し易いこと、複雑な形状が得難いことなどの問題があった。

【0003】 今日、家電機器、OA 機器、電装品等において、より一層の高性能化と小型軽量化が要求されており、永久磁石を用いた磁気回路全体として、性能対重量比を最大にするための設計が検討されており、特に現在のモーター構造では永久磁石として残留磁束密度  $\text{Br}$  が 5 kG  $\sim$  7 kG 程度のものが最適とされているが、従来のハードフェライト磁石では得ることができない。

【0004】 例えば、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  を主相とする Nd-Fe-B ボンド磁石ではかかる磁気特性を満足するが、金属の分離精製や還元反応に多大の工程並びに大規模な設備を要する Nd を 10 at %  $\sim$  15 at % 含有しているため、ハードフェライト磁石に比較して著しく高価となり、性能対価格比の点でハードフェライト磁石からの代替は一部の機種でしか進んでおらず、現在のところ、5 kG 以上の  $\text{Br}$  を有し、安価な永久磁石材料は見出されていない。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 一方、Nd-Fe-B 系磁石において、近年、 $\text{Nd}_4\text{Fe}_{77}\text{B}_{19}$  (at %) 近傍組成で  $\text{Fe}_3\text{B}$  型化合物を主相とする磁石材料が提案 (R. Coehoorn 等, J. de Phys, C 8, 1988, 669  $\sim$  670 頁) された。この永久磁石材料はアモルファスリボンを熱処理することにより、軟磁性である  $\text{Fe}_3\text{B}$  相と硬磁性である  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  相が混在する結晶集合組織を有する準安定構造の永久磁石材料である。

【0006】かかる永久磁石材料は、10 kG 程度の  $\text{Br}$  と 2 kOe  $\sim$  3 kOe の  $i\text{Hc}$  を有し、高価な Nd の含有濃度が 4 at % 程度と低いため、配合原料価格は  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  を主相とする Nd-Fe-B 系ボンド磁石より安価ではあるが、配合原料のアモルファス合金化が必須条件であるため液体急冷条件が限定され、また、同時に硬磁性材料になり得るための熱処理条件が狭く限定され、工業生産上実用的でなく、ハードフェライト磁石の代替として安価に提供できない。

【0007】この発明は、希土類濃度が 5 at % 以下と低いことを特徴とする軟磁性の  $\text{Fe}_3\text{B}$  相と硬磁性の  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  相が混在する結晶集合組織を有する準安定構造の永久磁石材料において、その製造条件を緩和して安定した工業生産を可能にすることを目的とし、特に、10 kG 以上の残留磁束密度  $\text{Br}$  を有してハードフェラ

(3)

3

イト磁石に匹敵する性能対価格比を有する微細結晶永久磁石合金を安定的に量産可能にする微細結晶永久磁石合金の製造方法の提供を目的としている。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】発明者らは、軟磁性相と硬磁性相が混在する低希土類濃度のNd-Fe-B系永久磁石材料の安定した工業生産が可能な製造方法を目的に種々検討した結果、希土類元素の含有量が5at%以下と少なく、15~30at%のBを含有する特定組成の合金溶湯を、急冷ロールを用いた液体急冷法により急冷するに際し、30kPa以下の減圧不活性ガス雰囲気中にて、ロール周速度を2~10m/sに限定することによって、アモルファス合金を熱処理により結晶化する工程を経ることなく、直接、実質90%以上をFe<sub>3</sub>B型化合物並びにα-FeとNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶構造を有する化合物相が共存する結晶組織で平均結晶粒径が50nm以下の微細結晶からなる、焼結磁石用粉末合金やボンド磁石用粉末合金、あるいは厚み70μm~300μmの急冷合金薄帯（薄板磁石）が得られることを知見し、この発明を完成した。

【0009】また、発明者らは、合金溶湯から直接得た微細結晶の各構成相の平均結晶粒径が10nm~50nmである場合は、iHc≧2kOe、Br≧10kGの磁気特性が得られること、さらに、平均結晶粒径10nmに満たない微細結晶が得られた場合、特定の粒成長のための熱処理を施すことにより、各構成相の平均結晶粒径が10nm~50nmとなり、iHc≧2kOe、Br≧10kGの磁気特性が得られることを知見し、この発明を完成した。

【0010】すなわち、この発明は、組成式をFe<sub>100-x-y</sub>B<sub>x</sub>R<sub>y</sub>（但しRはPr、NdまたはDyの1種または2種）と表し、組成範囲を限定する記号x、yが、15≦x≦30at%、1≦y≦5at%を満足する合金溶湯を、急冷ロールを用いた液体急冷法により急冷するに際し、30kPa以下の減圧不活性ガス雰囲気中にて、ロール周速度を2m/s~10m/sにして、Fe<sub>3</sub>B型化合物並びにα-FeとNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶構造を有する化合物相が共存する結晶組織が90%以上を占め、平均結晶粒径が10nm~50nmである微細結晶合金を合金溶湯から直接得ることにより、iHc≧2kOe、Br≧10kGの磁気特性を有する永久磁石合金を得る微細結晶永久磁石合金の製造方法である。

【0011】また、この発明は、上述の製造方法において、液体急冷法により合金溶湯から直接、平均結晶粒径が10nm以下の微細結晶合金となした場合は、その後、500℃~700℃の温度域にて粒成長を目的とする熱処理を施し、平均結晶粒径が10nm~50nmの微細結晶合金となし、iHc≧2kOe、Br≧10kGの磁気特性を有する永久磁石合金を得る微細結晶永久磁石合金の製造方法を合わせて提案する。

4

【0012】さらに、この発明は、上述の製造方法において、得られる微細結晶永久磁石合金を平均粉末粒径3μm~500μmに粉碎して、iHc≧2kOe、Br≧7kGの磁気特性を有する等方性永久磁石合金粉末を得る製造方法を合わせて提案する。

## 【0013】

## 【発明の実施の形態】

## 組成の限定理由

希土類元素Rは、Pr、NdまたはDyの1種または2種を特定量含有のときのみ、高い磁気特性が得られ、他の希土類、例えばCe、LaではiHcが2kOe以上の特性が得られず、また、TbおよびDyを除くSm以降の中希土類元素、重希土類元素は磁気特性の劣化を招来するとともに磁石を高価格にするため好ましくない。Rは、1at%未満では2kOe以上のiHcが得られず、また5at%を越えると10kG以上のBrが得られないため、1at%~5at%の範囲とする。好ましくは、2at%~5at%が良い。

【0014】Bは、15at%未満では液体急冷後の金属組織において、α-Feの析出が著しく、保磁力の発現に必須であるNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶構造を有する化合物の析出が阻害されるため、1kOe未満のiHcしか得られず、また30at%を越えると減磁曲線の角形性が著しく低下し、10kOe以上のBrが得られないため、15at%~30at%の範囲とする。好ましくは、15at%~20at%が良い。

【0015】Feは、上述の元素の含有残余を占め、Feの一部をCo、およびNiで置換することにより減磁曲線の角形性が改善され、最大エネルギー積（BH）max、および耐熱性の向上が得られ、また、Crで置換することによりiHcの向上が得られ、さらに、Al、Si、S、Ni、Cu、Zn、Ga、Ag、Pt、Au、Pbの1種または2種で置換することにより減磁曲線の角形性を改善し、Brおよび（BH）maxを増大させる効果が得られる。

## 【0016】製造条件の限定理由

この発明における液体急冷法とは、急冷ロールによる液体急冷法及び合金鑄造法であるストリップキャスト法を含むものである。上述の特定組成の合金溶湯を液体急冷法で30kPa以下の減圧不活性ガス雰囲気中にて、ロール周速度を2m/s~10m/sにして急冷するが、2m/s未満では100nm以上の粗大なα-Fe粒子を含む金属組織となり、また10m/sを超えるとアモルファス金属となるため好ましくなく、その結晶組織の90%以上がFe<sub>3</sub>B型化合物並びにα-FeとNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶構造を有する化合物相が共存する結晶組織とならないためであり、特に、各構成相の平均結晶粒径がiHc≧2kOe、Br≧10kGの磁気特性を得るに必要な平均結晶粒径10nm~50nmの合金を得ることが重要である。

(4)

5

【0017】すなわち、合金溶湯の急冷処理の際、急冷雰囲気圧が30kPaを越える場合は、回転ロールと合金溶湯の間に雰囲気ガスが入り込み、急冷条件の均一性が失われるため、粗大な $\alpha$ -Feを含む金属組織となり、 $iHc \geq 2kOe$ 、 $Br \geq 10kG$ の磁気特性が得られないことから、合金急冷雰囲気圧を30kPa以下とする。好ましくは、10kPa以下が良い。雰囲気ガスは、合金溶湯の酸化防止のために不活性ガスとし、好ましくは、Arガス中が良い。

【0018】Cu製ロールを用いる液体急冷法の場合、ロール周速度が10m/秒を越えると、急冷合金中に含まれる結晶組織が減少してアモルファス相が増加するため、熱処理によるアモルファスの結晶化が必要となるが、アモルファスの結晶化に伴う発熱は、急冷直後、すでに析出している結晶組織の粒成長を引き起こすため、 $iHc \geq 2kOe$ 、 $Br \geq 10kG$ の磁気特性を得るに必要な平均結晶粒径10nm~50nmより粗大な金属組織となり、10kG以上のBrを得られない、また、ロール周速度が2m/s未満では、急冷合金中に粗大な $\alpha$ -Feが析出するため好ましくなく、ロール周速度を2~10m/sに限定する。

【0019】上述した条件の急冷ロールを用いる液体急冷法にて、急冷した急冷合金の平均結晶粒径が、 $iHc \geq 2kOe$ 、 $Br \geq 10kG$ の磁気特性を得るに必要な平均結晶粒径10nmに満たない場合は、粒成長を目的とした熱処理を行っても良く、磁気特性が最高となる熱処理温度は組成に依存するが、熱処理温度が500℃未満では粒成長を起こさないため、10nm以上の平均結晶粒径が得られない、また700℃を越えると粒成長が著しく $iHc$ 、 $Br$ および減磁曲線の角形性が劣化し、上述の磁気特性が得られないため、熱処理温度は500℃~700℃に限定する。

【0020】熱処理において、雰囲気は酸化防止のためArガス、 $N_2$ ガスなどの不活性ガス雰囲気中もしくは1.33Pa以下の真空中が好ましい。磁気特性は熱処理時間には依存しないが、6時間を越えるような場合は若干時間の経過とともにBrが低下する傾向があるため、好ましくは6時間以下が良い。

【0021】この発明による微細結晶永久磁石合金の結晶相は、軟磁性を有する $Fe_3B$ 型化合物、並びに $\alpha$ -Feと $Nd_2Fe_{14}B$ 型結晶構造を有する硬磁性化合物相とが同一組織中に共存し、各構成相の平均結晶粒径が10nm~50nmの範囲の微細結晶集合体からなることを特徴としている。磁石合金の平均結晶粒径が50nmを越えると、Brおよび減磁曲線の角形性が劣化し、 $Br \geq 10kG$ の磁気特性を得ることができず、また、平均結晶粒径は細かいほど好ましいが、10nm未満では $iHc$ の低下を引き起こすため、下限を10nmとする。

【0022】この発明において、磁石合金溶湯組成及び

6

急冷条件を選定することによって、焼結やボンド磁石用に適した粉末状磁石合金、あるいは厚さ70 $\mu m$ ~300 $\mu m$ の薄板磁石を製造することができる。

【0023】また、この発明による微細結晶永久磁石合金を平均粒度3 $\mu m$ ~500 $\mu m$ に粉砕することにより、 $iHc \geq 2kOe$ 、 $Br \geq 7kG$ の磁気特性を有する等方性永久磁石合金粉末を得ることができる。粉砕平均粒度が3 $\mu m$ 未満では磁気特性、特にBrが低下して好ましくなく、また500 $\mu m$ を越えると成形が困難なため、粉砕後の平均粒度を3 $\mu m$ ~500 $\mu m$ に限定する。圧縮成形ボンド磁石用粉末として使用する場合の粉砕粒度は、20 $\mu m$ ~300 $\mu m$ が好ましく、射出成形ボンド磁石用粉末として使用の場合は50 $\mu m$ 以下が好ましい。

【0024】

【実施例】

実施例1

表1のNo. 1~17の組成となるように、純度99.5%以上のFe、Al、Si、S、Ni、Cu、Co、Cr、Zn、Ga、Ag、Pt、Au、Pb、B、Nd、Pr、Dyの金属を用い、総量が30gとなるように秤量し、底部に直径0.8mmのオリフィスを有する石英のつぼ内に投入し、表1の急冷雰囲気圧に保持したAr雰囲気中で高周波加熱により溶解し、溶解温度を1300℃にした後、湯面をArガスにより加圧して室温にて、表1に示すロール周速度にて回転するCu製ロールの外周面に0.7mmの高さから溶湯を噴出させて幅2mm~3mm、厚み100 $\mu m$ ~300 $\mu m$ の急冷合金薄帯を作製した。

【0025】図1にCu-K $\alpha$ の特性X線による実施例No. 2の場合のX線回折パターンを示すごとく、得られた急冷合金薄帯は、軟磁性を有する $Fe_3B$ 型化合物、並びに $\alpha$ -Feと $Nd_2Fe_{14}B$ 型結晶構造を有する硬磁性化合物相とが同一組織中に共存する金属組織であることを確認した。また、結晶粒径については、実施例No. 4、No. 16、No. 17を除き、いずれの試料も平均結晶粒径が10nm~50nmの微細結晶組織であった。表2にVSMで測定した磁石特性を示す。

【0026】実施例2

表1の実施例No. 4、No. 16、No. 17については、平均結晶粒径が10nm未満であったため、急冷合金薄帯をArガス中、600℃にて10分間保持し、平均結晶粒径が10nm以上になるよう熱処理を施した。VSMを用いて磁石特性を測定した結果を表2に示す。なお、実施例No. 5~No. 17においてAl、Si、S、Ni、Cu、Co、Cr、Zn、Ga、Ag、Pt、Au、Pbは各構成相のFeの一部を置換する。

【0027】実施例3

表1のNo. 2、No. 3、No. 5、No. 6、N

(5)

7

o. 13について粉碎機を用いて、粉碎粒度 $25\mu\text{m}$ ～ $300\mu\text{m}$ 、平均粉末粒径 $150\mu\text{m}$ になるように粉碎し、等方性永久磁石粉末を作製した。表3にVSMで測定した磁石合金粉末の磁気特性を示す。

## 【0028】比較例1

実施例1と同様に表1のNo. 18～No. 21の組成となるように純度99.5%のFe、B、Rを用いて、表1に示す急冷条件にて急冷合金薄帯を作製した。得られた試料のCu-K $\alpha$ の特性X線回折パターンを図1に示す。X線回折パターンの結果から判るようにNo. 1 \* 10

8

\* 8の試料は、保磁力の発現しないアモルファス合金であった。また、No. 19の試料は、 $\alpha\text{-Fe}$ 相が主相となる金属組織であった。なお、No. 20の試料は、非磁性相である $\text{Nd}_2\text{Fe}_{23}\text{B}_3$ と $\alpha\text{-Fe}$ からなる組織であり、No. 21の試料は、No. 19と同様、 $\alpha\text{-Fe}$ を主相とする金属組織であった。また、No. 18～No. 21のVSMで測定した磁石特性を表2に示す。

## 【0029】

## 【表1】

		組成(at%)				ロール 周速度	急冷 雰囲気圧	平均 結晶粒径
		Fe	B	R	M	m/秒	kPa	nm
実 施 例	1	79.5	18.5	Nd2	—	2	1.3	20
	2	78.5	18.5	Nd3	—	5	1.3	30
	3	78.5	17	Nd3.5 + Pr1	—	3	5.0	35
	4	75	20	Nd4 + Dy1	—	7	10.0	5
	5	78	15	Nd4	Co3	2	2.0	35
	6	71.5	18.5	Nd5	Cr5	3	3.0	45
	7	79.5	17	Nd3	Al 0.5	4	4.0	30
	8	76.5	18.5	Nd4	Si1	5	5.0	20
	9	69	18.5	Nd4.5	S 1	5	6.0	30
	10	76	20	Nd5	Ni1.5	5	7.0	35
	11	75	20	Nd2.5 + Pr1	Cu1.5	4	8.0	40
	12	76.5	18.5	Nd2 + Pr2	Zn1	2	9.0	50
	13	75.5	18.5	Nd2 + Pr3	Ga1	3	10.0	45
	14	76.5	18.5	Nd4	Ag1	3	1.3	40
	15	78	18	Nd3.5	Pt0.5	5	2.0	20
	16	76.5	18.5	Nd4.5	Au0.5	8	0.5	5
	17	75.5	18.5	Nd5	Pb1	10	5.0	1
比 較 例	18	78.5	18.5	Nd3	—	20	1.3	アモルファス
	19	78.5	18.5	Nd3	—	5	75.0	120
	20	75.5	18.5	Nd6	—	5	1.3	70
	21	86	10	Nd4	—	5	1.3	100

## 【0030】

## 【表2】

(6)

9

		磁石特性		
		Br (kG)	iHc (kOe)	(BH)max (MGOe)
実施例	1	15.0	2.0	13.5
	2	13.7	2.7	15.0
	3	11.4	4.2	14.7
	4	10.3	5.0	13.2
	5	12.3	4.3	15.3
	6	10.1	6.9	12.9
	7	13.4	3.0	18.7
	8	12.6	3.5	17.3
	9	12.0	4.0	17.1
	10	11.5	4.4	16.6
	11	13.0	3.3	17.5
	12	12.2	3.6	16.8
	13	11.6	4.5	16.9
	14	12.4	3.5	17.2
	15	12.9	3.2	17.6
	16	12.1	4.1	17.2
	17	11.7	4.6	16.7
比較例	18	-	-	-
	19	7.2	1.6	3.7
	20	6.5	0.9	4.2
	21	6.5	3.7	4.2

【0031】

【表3】

		磁石特性		
		Br (kG)	iHc (kOe)	(BH)max (MGOe)
実施例3	2	11.6	2.7	8.8
	3	9.7	4.2	9.6
	5	10.5	4.3	9.9
	6	8.6	6.9	8.4
	13	9.9	4.5	11.0

10

【0032】

【発明の効果】この発明は、希土類元素の含有量が5at%以下と少なく、15～30at%のBを含有する特定組成の合金溶湯を、急冷ロールを用いた液体急冷法により急冷するに際し、30kPa以下の減圧不活性ガス雰囲気中にて、ロール周速度を2～10m/sに限定することによって、アモルファス合金を熱処理により結晶化する工程を経ることなく、直接、実質90%以上をFe<sub>3</sub>B型化合物並びにα-FeとNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶構造を有する化合物相が共存する結晶組織となり、永久磁石として実用に耐えるiHc≥2kOe、Br≥10kGの磁気特性を有する平均結晶粒径が10nm～50nmの厚み70μm～300μmの薄板磁石あるいはボン

10 ド磁石用粉末合金が得られ、さらに、平均結晶粒径10nmに満たない微細結晶が得られた場合、特定の粒成長のための熱処理を施すことにより、各構成相の平均結晶粒径が10nm～50nmとなり、iHc≥2kOe、Br≥10kGの磁気特性が得られるもので、従来の微細結晶型永久磁石の製造工程に見られたアモルファス合金を熱処理により結晶化する工程を介さないため、製造方法が簡単で大量生産に適しており、ハードフェライト磁石では達成できない優れた磁石特性を有する永久磁石を安価で提供できる。

【図面の簡単な説明】

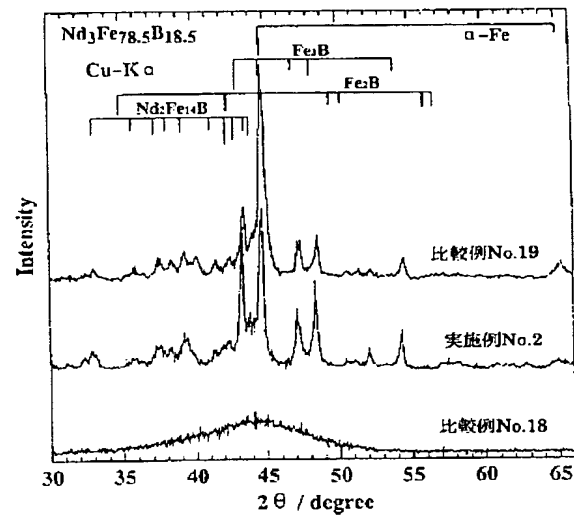
【図1】実施例における試料のCu-Kαの特性X線回折パターンを示すグラフである。

30



(7)

【図1】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**